

Air dan air limbah – Bagian 10: Cara uji minyak nabati dan minyak mineral secara gravimetri



© BSN 2011

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi..... i

Prakata ii

1 Ruang lingkup 1

2 Istilah dan definisi..... 1

3 Cara uji..... 1

4 Pengendalian Mutu 5

Lampiran A (normatif) Pelaporan..... 6

Lampiran B (informatif) Pengendalian mutu hasil uji satu laboratorium 7

Bibliografi 9



Prakata

SNI 6989.10:2011 dengan judul *Air dan air limbah – Bagian 10: Cara uji minyak nabati dan minyak mineral secara gravimetri* ini merupakan hasil revisi dari SNI 06-6989.10-2004, *Air dan air limbah – Bagian 10: Cara uji minyak dan lemak secara gravimetri*. SNI ini menggunakan referensi dan merupakan adopsi dari metode standar internasional yaitu US EPA Method 1664, Tahun 1999, *Revision A: N-Hexane Extractable Material (HEM; Oil and Grease) and Silica Treated n-hexane Extractable Material (SGT; Non-polar Material) by Extraction and Gravimetry*. SNI ini dikonsensuskan oleh Sub Panitia Teknis 13-03-S1, *Kualitas Air* dari Panitia Teknis 13-03, *Kualitas Lingkungan dan Manajemen Lingkungan* dengan para pihak terkait.

Standar ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus pada tanggal 28 – 29 Oktober 2009 di Jakarta yang dihadiri oleh wakil dari pemangku kepentingan (stakeholder) yaitu produsen, konsumen, pakar, dan pemerintah. SNI ini telah melalui tahap jajak pendapat pada tanggal 28 Mei 2010 sampai dengan 28 Juli 2010 dan diperpanjang hingga 28 Agustus 2010. SNI ini juga telah melalui tahap pemungutan suara pada tanggal 28 Januari 2011 sampai dengan 28 Maret 2011 dengan hasil disetujui menjadi SNI.

Dengan ditetapkannya SNI 6989.10:2011 ini, maka penerapan SNI 06-6989.10-2004, dinyatakan tidak berlaku lagi. Pemakai SNI agar dapat meneliti validasi SNI yang terkait dengan metode ini, sehingga dapat selalu menggunakan SNI edisi terakhir.

Air dan air limbah – Bagian 10 : Cara uji minyak nabati dan minyak mineral secara gravimetri

1 Ruang lingkup

Cara uji ini digunakan menentukan kandungan minyak dan lemak, minyak nabati, minyak mineral dalam air dan air limbah secara gravimetri.

Cara uji ini tidak dapat digunakan untuk mengukur fraksi yang mempunyai titik didih di bawah 85 °C

Cara uji ini dapat digunakan untuk contoh uji yang mengandung minyak nabati dan minyak mineral lebih besar dari 5 mg/L.

2 Istilah dan definisi

2.1

minyak dan lemak

Bahan yang dapat terekstrak oleh n-heksana meliputi hidrokarbon, asam lemak (minyak nabati, minyak hewani)

2.2

minyak mineral

Bahan yang dapat terekstrak oleh n-heksana yang tidak terserap oleh silika gel sebagai material non polar atau total petroleum hidrokarbon

2.3

minyak nabati

Bahan yang dapat terekstrak oleh n-heksana dan terserap oleh silika gel (termasuk di dalamnya minyak hewani)

3 Cara uji

3.1 Prinsip analisa

Minyak nabati dan minyak mineral dalam contoh uji air yang diasamkan pH lebih kecil dari 2 diekstraksi dengan n-heksana dalam corong pisah dan untuk menghilangkan air yang masih tersisa digunakan natrium sulfat anhidrat.

Ekstrak minyak nabati dan minyak mineral dipisahkan dari pelarut organik secara destilasi. Residu yang tertinggal pada labu destilasi ditimbang sebagai minyak dan lemak atau jumlah minyak nabati dan mineral.

Untuk menentukan minyak mineral, residu yang tertinggal dilarutkan kembali dengan n-heksana ditambahkan secara proporsional sejumlah silika gel (biasanya 3 g silika gel/100 mg total minyak dan lemak) untuk menyerap material polar atau minyak nabati. Ekstrak didestilasi lagi untuk memisahkan minyak mineral dari pelarut. Residu yang tertinggal pada labu destilasi ditimbang sebagai minyak mineral.

Selisih berat antara minyak dan lemak dengan minyak mineral adalah sebagai minyak nabati.

3.2 Bahan

- a) HCl 1:1 atau H₂SO₄ 1:1;
Campur volume yang sama antara HCl atau H₂SO₄ ke dalam air bebas mineral;
- b) n-heksana, dengan kemurnian minimal 85 % dan residu dibawah 1 mg/L (gunakan wadah gelas);
- c) natrium sulfat (Na₂SO₄)
Panaskan pada suhu 200 °C – 250 °C selama 24 jam;
- d) aseton (CH₃COCH₃) dengan residu dibawah 1 mg/L;
- e) heksadekana (C₁₆H₃₄) dengan kemurnian minimal 98 %;
- f) asam stearat (C₁₇H₃₅CO₂H) dengan kemurnian minimal 98 %;
- g) silika gel ukuran 75 – 150 mesh;
Keringkan pada suhu 200 °C – 250 °C selama 24 jam dan simpan dalam desikator atau pada wadah yang tertutup rapat.
- h) standar heksadekana:asam stearat 1:1 b/b dengan konsentrasi masing-masing 2 mg/mL dalam aseton;
Timbang 200 mg ± 2 mg asam stearat dan 200 mg ± 2 mg heksadekana, masukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan tambahkan sejumlah aseton kemudian hangatkan dalam penangas air (sekitar 40 °C) sampai asam stearat larut sempurna. Dinginkan hingga suhu ruang, kemudian tambahkan aseton sampai tanda tera.

CATATAN 1 Apabila tidak segera digunakan, biarkan dalam labu ukur dan disimpan dalam ruang gelap. Sebelum digunakan, lakukan verifikasi volume aseton.

CATATAN 2 Apabila terlihat ada endapan, hangatkan hingga endapan larut.

CATATAN 3 Lakukan verifikasi konsentrasi larutan standar dengan cara sebagai berikut: Pipet larutan standar 10 mL ± 0,1 mL dan tempatkan pada botol timbang dan uapkan pelarutnya dalam ruang asam. Residu yang tersisa harus 40 mg ± 1 mg, jika tidak buat larutan standar lagi.

3.3 Peralatan

- a) botol gelas mulut lebar dengan ukuran volume 1 L;
- b) oven;
- c) neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- d) neraca teknis dengan ketelitian 10 mg;
- e) labu ukur 100,0 mL;
- f) pipet volumetrik ukuran 10,0 mL;
- g) corong pisah 2000 mL bercerat dan bertutup teflon;
- h) corong (*filter funnel*);
- i) sentrifuge (jika perlu);
- j) kertas saring berukuran pori 2,5 µm;
- k) penangas air;
- l) desikator; dan
- m) seperangkat alat destilasi dengan volume labu destilasi 125 mL.

3.4 Pengawetan contoh uji

Bila contoh uji tidak dapat segera diuji, maka contoh uji diawetkan sesuai petunjuk di bawah ini:

Wadah	:	Botol gelas mulut lebar dengan kapasitas 1 L
Pengawet	:	Tambahkan H_2SO_4 1:1 atau HCl 1:1 sampai pH lebih kecil dari 2 (biasanya 1 % dari volume contoh uji)
Lama Penyimpanan	:	28 hari
Kondisi Penyimpanan	:	$4\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$

CATATAN 1 Untuk penentuan minyak nabati dan minyak mineral, ambil contoh uji $\pm 1000\text{ mL}$ dan wadah jangan diisi penuh.

CATATAN 2 Jangan mencelupkan kertas pH atau elektroda pH karena minyak dan lemak atau hidrokarbon akan terbawa.

3.5 Prosedur

a) tentukan volume contoh uji seluruhnya;

CATATAN Penentuan volume contoh uji dapat dilakukan dengan cara menimbang contoh uji serta wadahnya dan wadah contoh uji kosong. Selisih kedua data penimbangan merupakan berat contoh uji yang dapat dikonversi ke satuan volume dengan asumsi densitas air 1,00.

b) pindahkan contoh uji ke corong pisah;

c) untuk contoh uji yang sudah diawetkan lakukan butir 3.5.e), sedangkan untuk contoh uji yang baru diambil lakukan langkah 3.5.d);

d) atur pH dengan menambahkan HCl atau H_2SO_4 sampai pH lebih kecil dari 2 (bilas elektroda pH dengan n-heksana);

e) bilas botol contoh uji dengan 30 mL n-heksana dan tambahkan hasil bilasan ke dalam corong pisah;

f) kocok dengan kuat selama 2 menit. Biarkan lapisan air dan n-heksana memisah;

CATATAN Jika terdapat emulsi lebih dari 5 mL, lakukan pemecahan emulsi dengan cara penambahan garam (NaCl).

g) cuci kertas saring yang berisi 10 g Na_2SO_4 anhidrat yang ada pada corong dengan n-heksana;

h) pisahkan fasa air kedalam *Erlenmeyer* atau gelas piala, sedangkan lapisan fasa n-heksana ditampung ke dalam labu destilasi yang telah diketahui beratnya (W_0);

i) masukan kembali fasa air ke dalam corong pisah untuk diekstraksi kembali;

j) lakukan ekstraksi sebanyak 2 kali dengan 30 mL n-heksana;

k) gabungkan ekstrak dalam labu destilasi dan lakukan destilasi dengan penangas air pada suhu $70\text{ }^\circ\text{C}$;

l) saat terlihat kondensasi pelarut berhenti, hentikan destilasi. Dinginkan dan keringkan labu destilasi dalam oven dengan suhu $70\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ selama 30 - 45 menit;

m) masukkan ke dalam desikator selama 30 menit dan timbang labu destilasi sampai didapat berat tetap (W_1);

- n) hitung kadar minyak dan lemak (jumlah minyak nabati dan minyak mineral) (Persamaan 3.6.1);
- o) tambahkan 85 mL – 90 mL n-heksana ke dalam labu destilasi untuk melarutkan semua minyak dan lemak;
- p) tambahkan 3 g silika gel untuk setiap 100 mg minyak dan lemak ke dalam labu destilasi dan aduk selama 5 menit;
- q) saring silika gel dan pindahkan filtrat ke dalam labu destilasi yang telah diketahui beratnya (W_2);
- r) lakukan destilasi dengan penangas air pada suhu 70 °C;
- s) ikuti langkah l) sampai m) dan berat tetapnya sebagai W_3 ;
- t) hitung kadar minyak mineral (persamaan 3.6.2).

3.6 Perhitungan

3.6.1 Kadar minyak dan lemak

Kadar minyak dan lemak (jumlah minyak nabati dan minyak mineral) (mg/L)

$$= \frac{(W_1 - W_0) \times 1000}{V} \quad (1)$$

Keterangan:

W_0 adalah berat labu destilasi kosong, dinyatakan dalam miligram (mg);

W_1 adalah berat labu destilasi minyak dan lemak (jumlah minyak nabati dan minyak mineral), dinyatakan dalam miligram (mg);

V adalah volume contoh uji, dinyatakan dalam mililiter (mL).

3.6.2 Kadar minyak mineral

Kadar minyak mineral (mg/L)

$$= \frac{(W_3 - W_2) \times 1000}{V} \quad (2)$$

Keterangan:

W_2 adalah berat labu destilasi kosong, dinyatakan dalam miligram (mg);

W_3 adalah berat labu destilasi ditambah minyak mineral, dinyatakan dalam miligram (mg);

V adalah volume contoh uji, dinyatakan dalam mililiter (mL).

3.6.3 Kadar minyak nabati

Kadar minyak nabati (mg/L) adalah selisih kadar minyak dan lemak dengan minyak mineral.

4 Pengendalian Mutu

4.1 *Persent recovery*

Lakukan uji temubalik sebelum melakukan analisa contoh uji (*on going Recovery*) dengan frekuensi 5 % - 10 % dari jumlah contoh uji per *batch* atau 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10.

Apabila hasil % *recovery* memenuhi batas keberterimaan, maka analisa contoh uji dapat dimulai. Apabila tidak memenuhi batas keberterimaan, maka lakukan pengujian ulang terhadap % *recovery* tersebut, hingga memenuhi batas keberterimaan.

4.1.1 Tentukan kadar konsentrasi minyak dan lemak dan hidrokarbon menggunakan larutan 3.2.h)

- Dengan menggunakan pipet, spiking $10,0 \pm 0,1$ mL larutan heksadekana-asam stearat dalam 950 mL – 1050 mL air bebas mineral. (kadar heksadekana dan asam stearat dalam air bebas mineral 20 mg/L).
- Lakukan analisa sesuai point 3.5.

4.1.2 Dari hasil analisa hitung *persent recovery* dari minyak dan lemak dan hidrokarbon, bandingkan *percent recovery* dengan Tabel di bawah ini:

Tabel 1 – Persen batas keberterimaan *on going recovery*

<i>On Going Recovery</i>	Batas Keberterimaan (%)
% <i>Recovery</i> Minyak dan Lemak	78 - 114
% <i>Recovery</i> Hidrokarbon	64 - 132

Lampiran A
(normatif)
Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

- 1) Nama analisis.
- 2) Tanggal analisis.
- 3) Nomor contoh uji.
- 4) Tanggal penerimaan contoh uji.
- 5) Rekaman hasil perhitungan.
- 6) Hasil *on going Recovery*
- 7) Kadar minyak dan lemak dalam contoh uji.



Lampiran B
(informatif)
Pengendalian mutu hasil uji satu laboratorium

B.1 Penentuan *Initial Precision and Recovery (IPR)*

Untuk melakukan kemampuan akurasi secara umum, laboratorium melakukan:

B.1.1 Tentukan konsentrasi minyak dan lemak dan hidrokarbon sebanyak 4 kali, menggunakan larutan 3.2.h)

- a) Dengan menggunakan pipet, *spiking* 10,0 mL + 0,1 mL larutan heksadekana-asam stearat dalam 950 mL – 1050 mL air bebas mineral (konsentrasi heksadekana dan asam stearat dalam air bebas mineral 20 mg/L).
- b) Lakukan analisa sesuai butir 3.5.

B.1.2 Dari hasil analisa hitung rata-rata *percent recovery* dan standar deviasi dari minyak dan lemak dan hidrokarbon, bandingkan standar deviasi dan *percent recovery* dengan Tabel di bawah ini.

Tabel B.1 – Peresen batas keberterimaan *initial Precision and recovery*

<i>Initial Precision and recovery</i>	Batas keberterimaan (%)
Presisi (sd minyak dan lemak)	11
<i>Recovery</i> minyak dan lemak	83 - 101
Presisi (sd hidrokarbon)	28
<i>Recovery</i> hidrokarbon	83 - 116

B.1.3 Apabila hasil standar deviasi dan *recovery* memenuhi batas keberterimaan, maka analisa contoh dapat dimulai. Apabila tidak memenuhi batas keberterimaan, maka lakukan koreksi.

B.2 *On Going Recovery*

Lakukan uji temubalik sebelum melakukan analisa contoh uji (*on going Recovery*) dengan frekuensi 5 % -10 % dari jumlah contoh uji per *batch* atau 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10.

B.2.1 Dengan menggunakan pipet, *spiking* 10,0 mL + 0,1 mL larutan heksadekana-asam stearat dalam 950 mL – 1050 mL air bebas mineral (konsentrasi heksadekana dan asam stearat dalam air bebas mineral 20 mg/L).

B.2.2 Lakukan analisa sesuai point 3.5.

B.2.3 Hitung % *recovery* (% R) dengan rumus sebagai berikut :

$$\%R = \frac{A \times 100\%}{B} \quad (3)$$

Keterangan:

A adalah kadar larutan standar hasil pengukuran;

B adalah kadar larutan standar yang ditambahkan (*target value*).

B.2.4 Bandingkan *percent recovery* (% R)

Tabel B.2 – Persen batas keberterimaan matriks *spike*

Matriks <i>spike</i>	Batas keberterimaan (%)
% Recovery minyak dan lemak	78 - 114
% Recovery hidrokarbon	64 - 132



Bibliografi

US EPA Method 1664, Tahun 1999, *Revision A: N-Hexane Extractable Material (HEM; Oil and Grease) and Silica Treated n-hexane Extractable Material (SGT; Non-polar Material) by Extraction and Gravimetry*









BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3,4,7,10
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id